



PCT/SE 2004 / 001708

**Intyg
Certificate**

Härmed intygas att bifogade kopior överensstämmer med de handlingar som ursprungligen ingivits till Patent- och registreringsverket i nedannämnda ansökan.

This is to certify that the annexed is a true copy of the documents as originally filed with the Patent- and Registration Office in connection with the following patent application.

(71) Sökande Kvaerner Pulping AB, Karlstad SE
Applicant (s)

(21) Patentansökningsnummer 0303149-9
Patent application number

(86) Ingivningsdatum 2003-11-26
Date of filing

Stockholm, 2004-11-30

För Patent- och registreringsverket
For the Patent- and Registration Office

Görel Gustafsson
Avgift
Fee

Metod och system för syrgasdelignifiering av cellulosamassa

Tekniskt område

Föreliggande uppfinning avser en metod samt ett system för att styra tillsättningen av delignifieringskemiakalierna syrgas och alkali vid syrgasdelignifiering

- 5 av cellulosamassa i enlighet med ingressen till patentkravet 1 respektive 7.

Teknikens ståndpunkt

Ett antal metoder för att tillsätta lämplig mängd syrgas och alkali i samband med syrgasdelignifiering är kända:

- 10 En metod är att mäta kappatalet (eller ljusheten) hos cellulosamassan innan syrgassteget och en korrigering av tillsatserna baseras på aktuell kappatalsreduktion över syrgassteget. Mätningen av kappatalet görs enligt standard på "ren"(tvättad) cellulosamassa och prov för kappatalsmätning tas efter den tvätt som föregår syrgasdelignifieringen. En korrigering av mängden delignifierings-
15 kemikalier är ofta nödvändig eftersom utlöst lignin och extraktivämnen följer med cellulosamassan, speciellt gäller detta om det varit problem med den föregående tvätten innan syrgasdelignifieringen eller om utspädning av massan inför delignifieringen sker med filtrat med ojämn eller hög halt oxiderbart och/eller annat organiskt material.
- 20 Kappatalsmätning on-line används ofta men dessa system är dels dyra, beroende av att massan är tvättad och kräver god kalibrering. Kappatalsmätningarna görs på i positionerna före och efter syrgassteget, vanligen med ett intervall på 1-4 ggr/h, mellan mätningarna.
- 25 Den gängse metoden att reglera pH är att mäta pH i slutet av delignifieringsprocessen och därefter korrigera med tillsats av alkali i början av processen. Denna metod kan dock endast användas som återkopplingskontroll och då med en tidsfördröjning på ungefär 60-180 minuter, vilket motsvarar uppehållstiden för massan i systemet. Dessutom relaterar pH-mätningen till erforderlig alkaltillsats och endast indirekt till syretillsatsen.

Idag görs två temperaturmätningar i samband med syrgasdelignifiering. Den första görs i början av delignifieringen och den andra i slutet av delignifieringen. Syftet med dessa temperaturmätningar är att tillse att massan har rätt temperatur genom delignifiersprocessen.

5 Uppfinningens syfte och ändamål

Det huvudsakliga syftet med föreliggande uppfinning är att erbjuda en mera optimal satsning av delignifierskemikalier vid syrgasdelignifiering av cellulosamassa i en gas-/vätskesuspension, där syrgasdelignifieringen sker i ett reaktorsystemsteg med minst en syrgasreaktor. Detta uppnås enligt uppfinningen 10 genom de angivna särdragene i patentkrav 1 och 7. Härigenom kan man få en bättre och jämnare delignifiering eftersom rätt mängd blekkemikalier kan satsas utan lång tidsfördröjning. Detta resulterar i en mycket lättare styrning av efterföljande bleksteg då ingående massa får ett stabilt kappatal.

Genom att koppla en uppmätt temperaturhöjning i början av delignifiersprocessen till en teoretisk åtgång av mängd syre och alkali i processen, kan en snabb kompenstation i satsningen av blekkemikalier göras. Detta garanterar närvaro av syrgas under hela delignifiersprocessen av massan. Härigenom kan man reducera satsningen av syrgas till ett minimum anpassat till momentana behov och kan undvika översatsningar som skall kompensera för normala 20 variationer i massasuspensionen. Detta leder till en reduktion av driftskostnaderna.

Ritningsförteckning

Figur 1 visar schematiskt delar av ett system för syrgasdelignifiering i vilket den uppfinningsenliga metoden tillämpas.

25 Figur 2 visar skillnaden i syrgastrender mellan en reaktion där syrgas reagerar med utlöst lignin, lignin i massafibrerna och extraktivämnen, samt en reaktion där syrgas reagerar endast med ligninet i massafibrerna.

Figur 3 visar skillnaden i derivata mellan en reaktion där syrgas reagerar med utlöst lignin, lignin i massafibrerna och extraktivämnen, samt en reaktion 30 där syrgas reagerar med ligninet i massafibrerna.

Detaljerad beskrivning av föredragna utföringsformer

I figur 1 visas en metod enligt uppfinnningen i form av ett system för syrgasdelenifering av cellulosamassa i en gas-/vätskesuspension, där syrgasdeleniferingen sker i ett reaktorsystem med åtminstone en första syrgasreaktor 101 och

5 en andra syrgasreaktor 102. Delenifieringsprocessen föregås av en tvätt 103 i syfte att rena cellulosamassan från utlösta föroreningar såsom utlösat lignin och extraktivämnen. Massan ut från tvätten är oftast avvattnad till konsistenser på 25-40%, och denna avvattnade massa späds oftast ut med ett filtrat som kommer från efterliggande bleksteg eller tvätten efter syresteget. Beroende av ef-

10 terföljande bleksteg kan detta filtrat variera en del med avseende på halter av utlösat organiskt material. Efter tvätten 103 transporteras massan in i ett lagringstorn (eller fallrör) 104 där alkali tillsätts i en mängd vilken vanligen säkerställer ett förväntat pH i den sista reaktorn på över 9. En pump 105 i anslutning till lagringstornet/fallröret 104 fluidiseras massan så att den blir pumpbar och

15 medför en effektiv inmixning av alkali i massan. Därefter tillsätts syrgas i en anordnad första mixer 106 i en sådan mängd att restsyrgas finns kvar under hela reaktionsprocessen i reaktorerna.

Första reaktorn 101 har typiskt kortare uppehållstid än andra reaktorn 102 och första reaktorn 101 följs av en andra mixer 107 för ommixning av massan och

20 tillsats av syrgas+ånga. Ommixningen krävs för att få förnyad utblandning av massa och restkemikalier jämt i massan, då främst syrgasen har en tendens att ansamla sig större gasblåsor och då inte få jämn effekt i massasuspensionen. I denna ommixningsposition kan syrgas tillsättas tillsammans med ånga för uppvärmning av massan inför sista steget.

25 Efter att massan har passerat reaktorsystemet matas massan till en blåstank 108 som är ventilerad mot atmosfär.

I toppen av den andra och/eller sista reaktorn 102 finns en pH-sensor 109 anordnad att tillse att tröskelvärdet på pH ej underskrids. Denna pH-sensor styr sedan en satsningen av alkali till lagringstornet/fallröret 104.

30 I system med endast en pump 105 får andra reaktorn 102 en trycksättning som är något lägre på grund av naturliga tryckfallsförluster genom systemet. Om man vill kompensera helt eller delvis för tryckförluster i systemet så kan en förstärkningspump 110 insättas. Man kan även använda en liten första reaktor (5-

15 minuter retentionstid) med en avslutande större reaktor som håller högre temperatur och tryck än första reaktorn.

- I enlighet med uppfinningen mäts temperaturen, på cellulosamassan i åtminstone två olika positioner (T_1, T_2, \dots, T_n) i början av syrgasdelignifieringen, sett i cellulosamassans flödesriktning genom systemet. Med början avses här att minst två i följd liggande mätningar utförs i syrgasdelignifieringssystemet innan massan haft en uppehållstid mellan mätningarna med mindre än 50% och företrädesvis mindre än 30% av den totala uppehållstiden i syrgasdelignifieringssystemet. I och med att massan rör sig i flödesriktningen kommer den massa som passerar T_1 vid tidpunkten t_1 att passera T_2 vid tidpunkten t_2 osv till position n . Antalet positioner $n \geq 2$
- Positionerna mellan två i följd liggandes temperaturmätningar motsvarar positioner mellan vilka massan haft en uppehållstid i systemet på mellan 5 sekunder-30 minuter, företrädesvis 1-10 minuter. Första temperaturmätningen T_1 mäts i en position i samband med syrgastillsättningen 106, antingen före eller företrädesvis direkt efter syrgastillsättningen. Temperaturmätningarna används för att styra eller justera satsningen av åtminstone en delignifieringskemikalie till syrgasdelignifieringen. Temperaturmätningarna visar storleken på den temperaturökning som ägt rum till följd av syrgasens exoterna reaktion. Aktuell uppehållstid mellan mätningarna ges direkt av aktuellt massaflöde samt rör- och reaktorvolymer. Temperaturhöjningen kan i sin tur relateras till åtgången av syrgas. Eftersom åtgången av syrgas initialt huvudsakligen är relaterat till oxidering av utlöst lignin och extraktivämnen i vätskefasen och inte till den längsammare reaktionen av lignin i fibrerna, kan en god korrigering av mängden tillsatt syrgas göras i beroende av mängden oxiderbart material i vätskefasen. Genom att mäta temperaturskillnaden mellan T_1 och efterföljande mätningar kan man få reda på hur mycket syrgas som åtgått och sedan primärt styra tillsatsen av syrgas och sekundärt tillsatsen av alkali.
- I en annan utföringsform görs minst två mätningar T_1 och T_2 . Genom att studera derivatan dvs. lutningen av linjen mellan den första och andra temperaturmätningen kan en uppskattning av nödvändig tillsats av syrgas göras. I figur 3 framgår hur en sådan kan fungera. Den heldragna linjen 301 i figur 3 motsvarar

en reaktion då syrgas reagerar med utlöst lignin och extraktivämnen, den streckade linjen 302 motsvarar en reaktion då syrgas reagerar med ligninet i fibrerna. Derivatan kan därför användas för att primärt styra tillsatsen av syrgas och sekundärt tillsatsen av alkali.

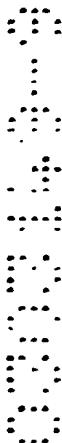
- 5 I en ytterligare föredragen utföringsform kopplas temperaturmätningarna till en temperaturtrend, vilken i sin tur motsvarar en syrgastrend. Syrgastrenden visar åtgången av syre som en funktion av tiden. I figur 2 visas hur en sådan syrgastrend kan se ut. Genom att studera syrgastrenden kan man avgöra om syrgasen har åtgått till den snabba reaktionen med utlöst lignin och extraktivämnen i
- 10 vätskefasen eller till den långsammare reaktionen, då syrgas reagerar med lignin i fibrerna, vilken reaktion normalt mäts med kappatalet. Den hel-dragna linjen 201 i figur 2 motsvarar en reaktion då syrgas reagerar med utlöst lignin och extraktivämnen, den streckade linjen 202 motsvarar en reaktion då syrgas reagerar med ligninet i fibrerna. Syrgastrenden kan därför användas för
- 15 att primärt styra tillsatsen av syrgas och sekundärt tillsatsen av alkali.

Vid mätning av temperaturerna T_1, T_2, \dots, T_n i ovanstående utföringsformer, används sensorer 113 vilka är anordnade efter varandra i massans flödesriktning med en fysisk positionering i systemet som medför en uppehållstid på 5 sekunder-30 minuter, företrädesvis 1-10 minuter. Sensorerna 113 överför sina mätdata via medel för signalöverföring till en lämplig kontrollenhet 111. Kontrollenheten 111 behandlar mätdata från sensorerna och räknar fram hur mycket syre som åtgått vid den exoterma processen. Kontrollenheten 111 reglerar sedan en signalstyrda ventil 112 för reglering av mängden tillsatssyrgas.

- De huvudsakliga fördelarna med upfinningen gentemot känd teknik vid satsning av delignifieringskemikalier vid syrgasdelenförläggning av cellulosamassa i en gas-/vätskesuspension är följande:
- 30 • Mera optimal satsning av delignifieringskemikalier
 - Bättre och jämnare delignifiering
 - Snabbare kompensation i satsningen av blekkemikalier
 - Reducerade driftskostnader

Uppfinningen kan givetvis tillämpas även på någon av de efterföljande reaktorerna på motsvarande sätt som visats för första reaktorn ovan.

- 5 Uppfinningen är inte begränsad till de visade utföringsformerna, utan flera varianter är möjliga inom ramen för patentkraven. Uppfinningen kan exempelvis kompletteras med ett självlärande system, där man under inlärning matchar temperaturprofil och kemikaliesatser med det pH värde som erhålls i utloppet eller med on-line mätningar av kappatalet med lämpliga sensorer.
- 10 Första temperaturmätningen kan även ske i massastupet som flödesmässigt ligger före såväl pump som första syrgasmixern, och där temperaturhöjning på grund av pumpning/mixning är försumbar.
Andra temperaturmätningen kan även ske i inloppsstudsen till första reaktorn, allt för att garantera att massflödets uppehållstid mellan mätningar. Mätningar i
- 15 reaktorn kan i vissa fall bli missvisande om massaflödet kanaliseras eller sämre massafördelare finns i utloppet på reaktorn.



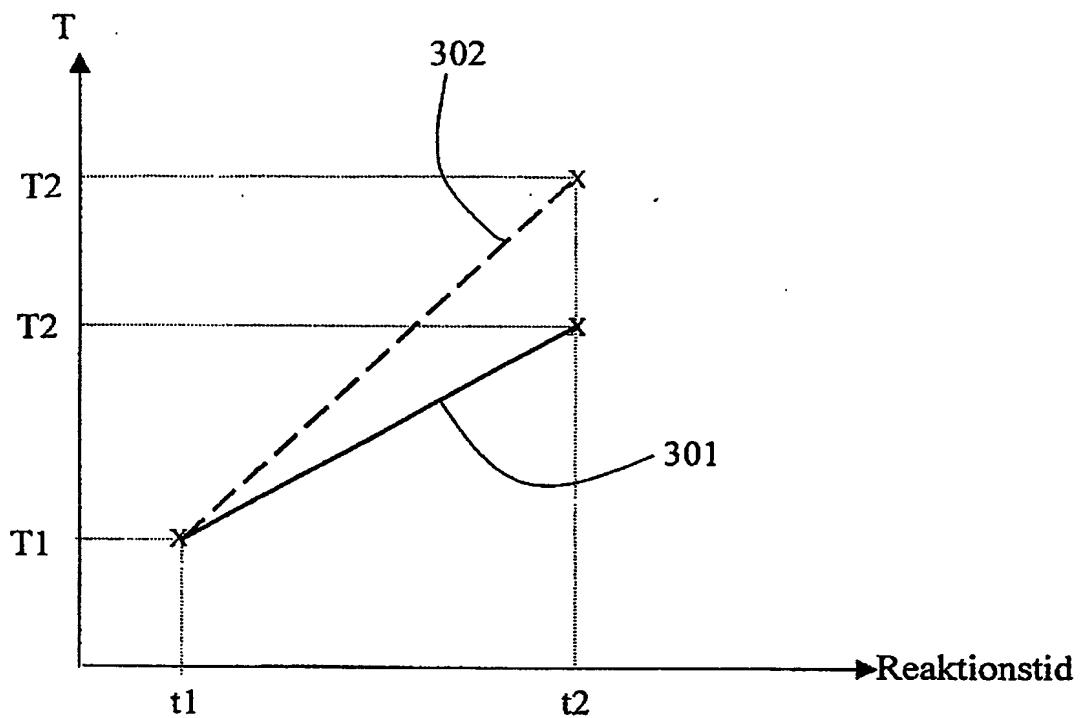


Fig.3

0
1
2
3
4
5
6
7
8
9

Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/SE04/001708

International filing date: 23 November 2004 (23.11.2004)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: SE
Number: 0303149-9
Filing date: 26 November 2003 (26.11.2003)

Date of receipt at the International Bureau: 07 December 2004 (07.12.2004)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse